

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-078808

(43)Date of publication of application : 20.03.1995

(51)Int.Cl.

H01L 21/3065

H01L 21/205

H01L 21/304

(21)Application number : 06-174143

(71)Applicant : APPLIED MATERIALS INC

(22)Date of filing : 26.07.1994

(72)Inventor : CARLSON DAVID
HEY H PETER W
HANN JAMES C

(30)Priority

Priority number : 93 100582 Priority date : 30.07.1993 Priority country : US

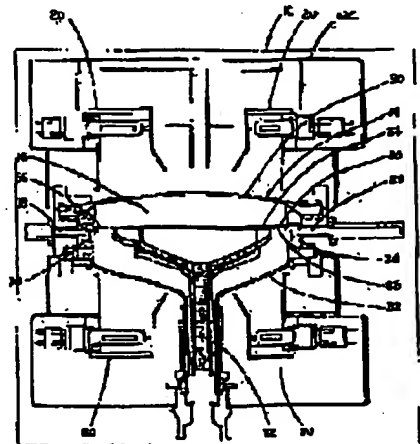
(54) LOW-TEMPERATURE ETCHING IN COLD WALL CVD SYSTEM

(57)Abstract:

PURPOSE: To maintain a sufficient etching speed even at a sufficiently low pressure by including a step for applying at least one reactive gas selected from a group consisting of hydrogen trifluoride, chlorine trifluoride, sulfur hexasulfide, and carbon tetrafluoride.

CONSTITUTION: A heat reactor 10 has a housing 12, a double dome reactor vessel 14, a gas flow-in manifold 18, a gas exhaust manifold 26, a radiation heating system 20, a drive assembly body 22, a susceptor 24, and a preheating ring 28.

An etching test was performed to a polysilicon film using silicon nitride, silicon oxide, nitrogen trifluoride, chlorine trifluoride, sulfur hexasulfide, and carbon tetrafluoride, thus determining that nitrogen trifluoride is effective for cleaning a cold wall CVD chamber even at a low temperature of 650° C and a low pressure of 12 Torr. A cleaning time ranges from 0.25 to 1 minute. According to a test in the volume flow-rate ratio between NF₃ and N₂, it was found that a desired etching rate could be achieved even at a temperature that is equal to or more than 775° C and a pressure of 100 Torr or higher.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 19.07.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(10) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-78808

(43) 公開日 平成7年(1995)3月20日

(51) Int. Cl.⁶

H 0 1 L 21/3065

21/205

21/304

識別記号

片内整理番号

F I

技術表示箇所

3 4 1 D

H 0 1 L 21/ 302

N

審査請求 未請求 請求項の数34 O L (全11頁)

(21) 出願番号 特願平6-174143

(22) 出願日 平成6年(1994)7月28日

(31) 優先権主張番号 08/100582

(32) 優先日 1993年7月30日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 390040680

アプライド マテリアルズ インコーポレ
イテッドAPPLIED MATERIALS, I
NCORPORATED

アメリカ合衆国 カリフォルニア州

95054 サンタ クララ パウアーズ ア
ベニュー 3050

(72) 発明者 ディヴィッド カールソン

アメリカ合衆国 カリフォルニア州

95051, サンタ クララ, ダンディー
ドライブ 2308

(74) 代理人 弁護士 長谷川 芳樹 (外4名)

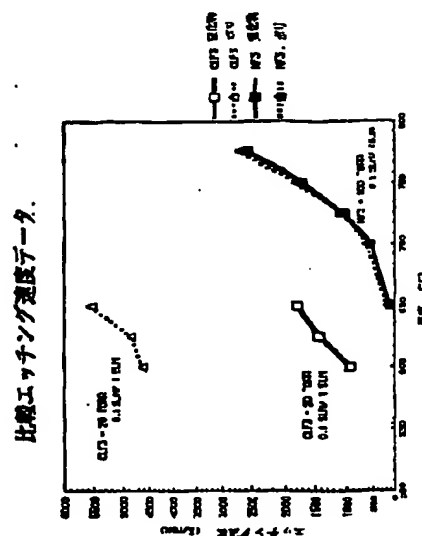
最末页に続く

(54) 【発明の名称】 コールドウォールCVDシステムにおける低温エッチング

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、充分高いエッチング速度を維持しつつも安全衛生及び環境を損なわず、チャンバの劣化も抑制されるインシチュウ洗浄法を提供する。

【構成】 本発明の方法によれば、三弗化窒素、三弗化塩素、六弗化硫黄及び三弗化炭素から成る群より選択された少なくとも1つのエッチャントガスをを用いて、充分なエッチング速度を維持しつつ、低温且つ低圧の実質的に水分の存在しないコールドウォールCVDチャンバをエッチング若しくは洗浄する。



(2)

特開平7-78808

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 実質的に水分の存在しない化学気相蒸着チャンバ内において堆積された膜を所定のチャンバ圧力及び所定のチャンバ温度で清浄化する方法であって、三弗化窒素、三弗化塩素、六弗化硫黄及び四弗化炭素から成る群より選択された少なくとも1つの反応性ガスを前記堆積された膜に適用するステップを含む清浄化方法。

【請求項2】 前記堆積された膜が半導体材料で構成される請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項3】 前記堆積された膜が窒化珪素、酸化珪素、ポリシリコン、エピタキシャルシリコン、チタン、タングステン、チタン珪化物及びタングステン珪化物から成る群より選択された材料で構成される請求項2に記載の清浄化方法。

【請求項4】 前記所定のチャンバ温度が少なくとも約650℃である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項5】 前記所定のチャンバ温度が好適には約775℃以下である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項6】 前記所定のチャンバ圧力が150トール未満である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項7】 前記実質的に水分の存在しないチャンバが体積で10PPM未満の水分含有量を有する請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項8】 前記少なくとも1つの反応性ガスが三弗化窒素である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項9】 前記少なくとも1つの反応性ガスが三弗化塩素である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項10】 前記少なくとも1つの反応性ガスが六弗化硫黄である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項11】 前記少なくとも1つの反応性ガスが四弗化炭素である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項12】 前記少なくとも1つの反応性ガスが、650から775℃の間の範囲のチャンバ温度、12から100トールの間の範囲のチャンバ圧力、及び体積で2PPM未満の好適な水分含有率において適用される三弗化窒素である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項13】 前記少なくとも1つの反応性ガスが、550から650℃の間の範囲のチャンバ温度、5から50トールの間の範囲のチャンバ圧力、並びに体積で2PPM未満の好適な水分含有率において適用される三弗化塩素である請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項14】 前記化学気相蒸着チャンバがコールドウォールCVDチャンバである請求項1に記載の清浄化方法。

【請求項15】 実質的に水分の存在しない化学気相蒸着チャンバ内から堆積された膜を清浄化する方法であって、前記チャンバを少なくとも550℃の温度に加熱するステップと、

三弗化窒素、三弗化塩素、六弗化硫黄及び四弗化炭素か

2

ら成る群より選択された少なくとも1つの反応性ガスと、少なくとも1つの不活性ガスとを含有するガスの混合物により、前記チャンバに150トール未満の圧力を満たすステップと、

前記堆積された膜を、前記チャンバから前記堆積された膜を清浄化するに充分な時間前記ガスの混合物に接触させるステップとを含む清浄化方法。

【請求項16】 前記少なくとも1つの反応性ガスの前記ガスの混合物中における体積百分率が少なくとも0.1である請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項17】 前記堆積された膜が窒化珪素、酸化珪素、ポリシリコン、エピタキシャルシリコン、チタン、タングステン、チタン珪化物及びタングステン珪化物から成る群より選択された材料で構成される請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項18】 前記実質的に水分の存在しないチャンバが体積で10PPM未満の水分含有量を有する請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項19】 前記チャンバから前記堆積された膜を清浄化するに充分な前記時間が4分以下である請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項20】 前記少なくとも1つの反応性ガスが、650から775℃の間の範囲のチャンバ温度、12から100トールの間の範囲のチャンバ圧力、及び体積で2PPM未満の好適な水分含有率において適用される三弗化窒素である請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項21】 前記少なくとも1つの反応性ガスが、550から650℃の間の範囲のチャンバ温度、5から50トールの間の範囲のチャンバ圧力、並びに体積で2PPM未満の好適な水分含有率において適用される三弗化塩素である請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項22】 前記少なくとも1つの反応性ガスが体積で2PPM未満の好適な水分含有率において適用される六弗化硫黄である請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項23】 前記少なくとも1つの反応性ガスが体積で2PPM未満の好適な水分含有率において適用される四弗化炭素である請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項24】 前記化学気相蒸着チャンバがコールドウォールCVDチャンバである請求項15に記載の清浄化方法。

【請求項25】 実質的に水分の存在しない環境を有する化学気相蒸着チャンバ内において堆積された膜を、前記チャンバから前記堆積された膜を清浄化するに充分な時間清浄化するためのエッチャント系であって、前記エッチャント系は三弗化窒素、三弗化塩素、六弗化硫黄及び四弗化炭素から成る群より選択された少なくとも1つの反応性ガスを含むエッチャント系。

【請求項26】 前記堆積された膜が半導体材料で構成される請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項27】 前記堆積された膜が窒化珪素、酸化珪

(3)

特開平7-78808

3

系、ポリシリコン、エピタキシャルシリコン、チタン、タングステン、チタン珪化物及びタングステン珪化物から成る群より選択された材料で構成される請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項28】 前記実質的に水分の存在しないチャンバが体積で10PPM未満の水分含有量を有する請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項29】 前記チャンバから前記堆積された膜を清浄化するに充分な前記時間が4分以下である請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項30】 前記エッチャント系のための前記少なくとも1つの反応性ガスが三弗化窒素である請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項31】 前記エッチャント系のための前記少なくとも1つの反応性ガスが三弗化塩素である請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項32】 前記エッチャント系のための前記少なくとも1つの反応性ガスが六弗化硫黄である請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項33】 前記エッチャント系のための前記少なくとも1つの反応性ガスが四弗化炭素である請求項25に記載のエッチャント系。

【請求項34】 前記化学気相蒸着チャンバがコールドウォールCVDチャンバである請求項25に記載のエッチャント系。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は一般に、コールドウォール化学気相蒸着法（以下CVDと称する。）をエッチングする改良された方法に関し、特に、三弗化窒素、三弗化塩素、六弗化硫黄、四弗化炭素等及びこれらの混合物を利用した低温低圧エッチングプロセスによる、実質的に水分の存在しないコールドウォールCVDチャンバをインシチュウ清浄化(in-situ cleaning)する改良された方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 電子回路の小型化の増進における近年の技術的進歩は、半導体処理の進歩により可能となった。或る種の進歩したプロセス技術は、高温、準大気圧(sub-atmospheric pressures)及び均一な反応物ガス流れの慎重に管理された条件において、半導体の構造を反応物ガスに暴露する必要がある。このようなプロセスの例には、低圧CVD、減圧CVD(reduced CVD)、及び選択的エピタキシャル堆積(selective epitaxial deposition)が含まれる。

【0003】 コールドウォールCVDシステムは近年、シリコンウエハ上の様々な半導体材料の堆積に用いられてきた。このような低圧CVDシステムの1つに、高スループットCVDチャンバを利用した枚葉式コールドウォールCVDシステムがある。膜質の標準がより厳しく

4

なり近年利用されるウエハサイズが増大するにつれ、装置技術は大規模のバッチシステムから枚葉式処理技術へと移行している。この枚葉式プロセスは、ウエハが枚葉式プロセスチャンバから真空を解消することなく中央ロードロックシステムを通して他のチャンバへ移送できるロードロックシステムの使用を含んだ、マルチチャンバクラスター統合処理システムとして設計される。

【0004】 典型的な枚葉式コールドウォールCVDチャンバは、放射により加熱され、約500℃から約1,000℃までの範囲で正確な温度制御が可能である。シリコンカーバイドで被覆されたグラファイトディスクのサセプタにウエハは装着され、ウエハ表面上に材料の均一な堆積を受ける。サセプタは、堆積物被覆の均一性を更に改善するために、堆積の間モーターにより回転されてもよい。半導体処理に用いられるこのタイプの熱反応器は、常圧若しくは減圧において、高いスループット、柔軟な温度制御及び大きなウエハの処理の均一性を与える。

【0005】 反応物ガスはCVDチャンバ内に入り、ウエハ表面上に、金属被覆層、誘電層、絶縁層等の様々な目的のための様々な電子材料の膜を形成する。堆積される様々な電子材料には、エピタキシャルシリコン、ポリシリコン、窒化珪素、酸化珪素、及びチタン、タングステン及びこれらの珪素化合物等の高融点金属が含まれる。これら膜堆積処理では、反応ガスからのほとんどの物質が、ウエハ上に堆積される。しかし、この物質の少量がウエハ以外のチャンバ内側の加熱された表面に堆積されることは、避けられない。チャンバ外部での冷却空気の循環によりチャンバ壁を冷温に保ち、壁への物質の堆積を防止するコールドウォールCVDシステムにおいても、このことが生じる。

【0006】 従って、ある一定回数堆積処理の後、チャンバ内側の加熱された表面から堆積した物質を清浄化する必要がある。これら加熱された表面には、サセプタの露出表面、予熱リング表面、並びにチャンバ内側の加熱されるあらゆる表面が含まれる。

【0007】 CVDシステムのチャンバ表面を清浄化するために、様々なインシチュウ清浄化の方法が開発されてきた。これらインシチュウ清浄化法は、部品を分解し強酸中で清浄化するため労務費と非稼働時間の大きな支出を招く、従来の湿式化学清浄化法を、改善する。

【0008】 他者により、様々なインシチュウチャンバ清浄化の方法は提案されてきた。例えば、従来のシリコン及びポリシリコンの処理は、チャンバ清浄化のために高温、即ち1,100℃から1,200℃の間の範囲で塩化水素ガス(HCl)を用いる。別の方法では、様々な化学処理により、低温、即ち400℃未満でプラズマチャンバを清浄化した。これらの清浄化方法で用いられてきた清浄化ガスの1つには、三弗化窒素(NF₃)が

(4)

特開平 7-78808

5

6

ある。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】三弗化窒素は、高温下あるいはプラズマにて用いた場合非常に攻撃的であり、石英、シリコンカーバイド及び全ての金属を含むチャンパ内の全ての材料をエッチングする。三弗化窒素は、プラズマを使わないホットウォールCVDシステムで用いられてきた。しかし、非常に反応性の高い弗化水素(HF)が生成するため、石英のチャンパ壁が深刻にエッチングされることもあり、水分があればエッチングの特性を変化させることもある。

【0010】三弗化窒素をCVDハードウェアのインシチュウ清浄化剤として用いる従来技術の方法は、英国特許GB2183204Aに開示されている。三弗化窒素は、材料の堆積膜を清浄化するに充分な時間、加熱されたCVD反応器にある分圧下で導入された。清浄化のため加熱されたチャンパの温度は、380℃から500℃の間であり、使用された純三弗化窒素の圧力は、200から600トルの間であった。三弗化窒素は有毒性が高く圧力下で爆発性を有するため、容認できないエッチング速度しか実現されなくとも、安全衛生及び環境のためには、三弗化窒素は低圧下で用いることが望ましいという事が、この特許の公表で示唆された。注目されるべき事は、この特許の公表で開示された温度の範囲が非常に低く、即ち380℃～500℃である事である。この事は、弗化水素の形成の原因となるような、チャンパ中に水分が存在する事実によってもたらされる。

【0011】この低い温度範囲は、チャンパハードウェアのエッチングによる劣化を低減するために、弗化水素の反応性を制するの必要であった。

【0012】従って本発明は、従来の湿式化学清浄化法の欠点を有しない、反応性ガスによるコールドウォールCVDチャンパのインシチュウ清浄化方法を提供する事が目的とする。

【0013】また本発明は、充分に低い圧力であっても充分なエッチング速度を維持する、反応性ガスを用いたコールドウォールCVDチャンパのインシチュウ清浄化方法を提供する事を目的とする。

【0014】更に本発明は、実質的に水分の存在しないチャンパ環境を提供することにより、充分なエッチング速度を維持しつつも充分に低い圧力で反応性ガスを用いることができる、反応性ガスによるコールドウォールCVDチャンパのインシチュウ清浄化方法を提供する事を目的とする。

【0015】また更に本発明は、実質的に水分の存在しない環境において低いチャンパ圧力及び低いチャンパ温度で用いることができ高いエッチング速度を得ることができる。コールドウォールCVDチャンパのインシチュウ清浄化のためのエッチング剤(エッチャント)ガスシステムを提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明に従い、反応性ガス若しくはエッチャントガスを用いたコールドウォールCVDチャンパをインシチュウ清浄化する改良された方法が提供される。

【0017】好適な具体例において、実質的に水分の存在しない環境を有するコールドウォールCVDチャンパをインシチュウ清浄化するために、三弗化窒素のエッチャントガスを利用することにより改良された方法が提供される。水分の存在しない環境と清浄化に適したチャンパ内の湿度との共働作用的な組み合わせを基礎としているため、清浄化プロセスのための充分なエッチング速度を得るためには、エッチャントガスが非常に低圧であることのみが必要なのである。

【0018】別の具体例においては、所定の温度に加熱された実質的に水分の存在しないCVDチャンパ内に三弗化窒素(CF₃)、六弗化硫黄(SF₆)若しくは四弗化炭素(CF₄)のエッチャントガスを利用することにより、改良された清浄化方法が提供される。エッチャントガスの三弗化窒素は、低いチャンパ温度及び低いチャンパ圧力において用いられる場合でも、三弗化窒素に比べて効果的である。

【0019】また別の具体例においては、三弗化窒素及び三弗化窒素のエッチャントガスの混合物が、実質的に水分の存在しないCVDチャンパに用いられる。このエッチャントガスの混合物も、充分なエッチング速度で清浄化の目的を達する事において、満足される結果を与える。これらエッチャントガスの混合物は、エッチング温度及びエッチング圧力を半導体材料に応じて設定せしめるため、特定の清浄化の手順において好適である。

【0020】本発明は更に、少なくとも500℃に加熱された実質的に水分の存在しないCVDチャンパに用いてチャンパのハードウェア及び部品を効果的に清浄化するための、三弗化窒素、三弗化窒素、六弗化硫黄、四弗化炭素等、及びこれらの混合物のエッチャントガス系に向いている。

【0021】

【実施例】その他本発明の目的、特徴及び利点は、詳細な説明及び添付の図面を考慮することにより明らかになるであろう。

【0022】本発明は、実質的に水分の存在しない環境を有するコールドウォールCVDチャンパのインシチュウ清浄化のために反応性エッチャントガスを利用した、改良された方法を開示する。

【0023】まず、図1には典型的な牧草式コールドウォールCVD装置の断面図が示される。この図によれば、半導体処理のための熱反応器10は、ハウジング12、原則的に石英で形成され反応器チャンパ16を形成するダブルドーム(double-dome)反応器ベッセル14、ガス流入マニホールド18、ガス排気マニホールド2

(5)

特開平7-78808

6. 放射加熱系20、駆動組み立て体(drive assembly)22、サセブタ24、及び予熱リング28を有する。例示された反応器10は、堆積及び清浄化の双方のためにはプラズマを用いない。ダブルドームベッセル反応器14は、上面ドーム30及び底面ドーム32を包含し、これらは石英製で、冷却空気の循環により冷却されるため、コールドウォール、即ち100~200℃に維持される。駆動組み立て体22はモータ(図示されず)に接続され、堆積処理の間サセブタ24を回転し、サセブタ24上面に支持されたウエハの被覆均一性を向上する。このコールドウォールは、本発明の枚葉式システムの重要な特徴であり、その理由は、これがチャンバ清浄化の間における壁への半導体材料の堆積を防止するからである。

【0024】チャンバ10内で繰り返し堆積処理が行われた後では、サセブタ24及び予熱リング28の円周端の上側表面は、堆積材料の膜で覆われる。サセブタ24は通常、熱容量(thermal mass)を低くするために薄くしたプレートと、剛性のための外縁(surrounding rim)とで構成される。典型的な反応器ベッセル内のサセブタの直径は約8インチ(240mm)であるのに対し、被覆されるウエハの直径は通常6ないし8インチ(150ないし200mm)である。したがって、周囲の部分が露出されており、そこに半導体材料が堆積される。サセブタ24は、典型的にはシリコンカーバイドで被覆されたグラファイト製であるため、大きな汚染を生ずることなく堆積温度まで加熱することができる。

【0025】予熱リング28は、サセブタと、反応器ベッセル14の石英ライナ(liner)34との間の隙間を実質的にシールし、サセブタのエッジからの熱損失を抑制するため、シリコンカーバイドで被覆されたグラファイト製である。石英の予熱リングも使用できる。予熱リング28の上面36は材料の堆積に露出されており、従ってリングが堆積温度に加熱されていることから、堆積材料の膜が蓄積する。

【0026】堆積処理が充分な回数行われた後、即ち多くの材料では約25~75回の処理の後、1から5マイクロメートルの間の範囲の充分な厚さの膜が、サセブタ及び予熱リングに蓄積される。これらの不要な膜が清浄化若しくはエッチングにより取り去られなければ、これらグラファイト製の部分の加熱効率の妨げとなる。また、これらの不要な膜は汚染の原因となりプロセス全体を損ねる。

【0027】本発明の改良されたインシチュウ清浄化の方法を用いることにより、エピタキシャルシリコン、ポリシリコン、窒化珪素、酸化珪素、高融点金属であるタン、タングステン及びこれらの珪化物が効果的にエッチングされ取り去ることができる。

【0028】実質的に水分の存在しない反応器チャンバ

を作製する事が、従来技術の欠点を克服する効果的な方法であることが見出だされている。ここで「実質的に水分の存在しない」とは、体積基準で水分含有率が10PPM未満であることを意味する。しかし、体積基準で2PPM未満の水分含有量を有する環境が更に好適である。

【0029】反応器チャンバの水分量は、真空系に用いられる典型的な残留ガスアナライザ(residual gas analyzer)技術により測定できる。このようなアナライザの一つで今回の開発に利用されたものは、ニューヨーク州East SyracuseのLeybold Inficon社製Inficon Quadrex 200, Model #901-002-G1であった。

【0030】実質的に水分が存在しない環境は、ロードロック移送系を備えた反応器チャンバを用いることで、得る事ができる。このような系の場合、ウエハは一方の枚葉式プロセスチャンバ若しくはモジュールからもう一方へ、真空を解消することなく中央ロードロック系を通り移送される。このようなCVDのための1つのシステムが、カリフォルニア州Santa Claraのアプライドマテリアルズ社により「Centura HT Poly」の商標で供給されている。

【0031】実質的に水分の存在しない環境は、反応器に用いられる石英部材に対して非常に激しい反応性を有する弗化水素の生成の可能性を最小にする。この反応性は、温度が上昇すれば増加する。水分含有量10PPM及びチャンバ温度500℃において、CVDチャンバの石英の壁が著しくエッチングされることが観測されている。

【0032】CVDチャンバのインシチュウ清浄化の新規な方法は、実質的に水分の存在しない環境下と、従来技術で開示された温度より高い適当な反応温度下とで実施される場合に、相乗効果的な結果を得る。これらの独特の処理条件により得られる相乗効果によって、非常に低い圧力で反応ガスを利用して充分なエッチング速度を維持せしめる。この結果、用いられる反応ガスの圧力が低いため、従来技術の欠点が克服される。従来技術の開示によれば、エッチング速度を容認される速度に維持するため、高いガス圧力を用いなければならず、これが安全衛生及び環境の問題を引き起こす。この高いガス圧力においてさえ、従来技術で達成されるエッチング速度は本発明で達成されるエッチング速度よりも低い。

【0033】窒化珪素、酸化珪素、並びに三弗化窒素、三弗化塩素、六弗化硫黄及び四弗化炭素を用いたポリシリコンの、それぞれの膜に関して一連のエッチング試験が実施された。

【0034】表1には、様々なチャンバ温度及び様々なチャンバ圧力において、三弗化窒素を用いて得られた試験結果が示される。全ての試験でチャンバの水分含有量は1PPM以下であった。示されているチャンバ温度はサセブタ表面で測定された温度であることに注意すべき

(6)

特開平7-78808

9

10

であろう。これらの試験において、窒素の不活性ガスが * 【0035】
キャリアガスとして用いられた。しかし、ヘリウム、ア 【表1】
ルゴン等他の不活性ガスを用いることも可能である。 *

試験#	温度 (°C)	圧力 (Torr)	時間 (Min)	流量 (sccm) NF ₃ /N ₂	体積% NF ₃	エッチング速度 (Å/min)		
						窒化物	炭化物	ポリ
1	650	20	1	100/1,000	10	7	7	12
2	650	20	1	200/1,000	20	22	1	2
3	650	100	1	100/1,000	10	148	92	203
4	650	100	1	200/1,000	20	282	148	296
5	700	20	1	100/1,000	10	48	19	20
6	700	100	1	100/1,000	10	336	387	633
7	700	100	0.5	150/1,000	15	1174	714	826
8	700	100	0.5	200/1,000	20	1178	888	936
9	725	100	0.5	100/1,000	10	1092	600	1058
10	750	12	1	50/10,000	.5	8	1	58
11	750	20	1	50/10,000	.5	43	14	2
12	750	20	1	50/5,000	1	94	10	109
13	750	20	1	100/5,000	2	28	24	33
14	750	20	1	100/1,000	10	342	72	305
15	750	100	1	50/10,000	.5	309	160	389
16	750	100	0.5	100/1,000	10	1714	1312	1808
17	750	100	0.25	150/1,000	15	2440	1984	2788
18	750	100	0.25	200/1,000	20	3100	2332	3376
19	775	100	0.5	100/1,000	10	2364	1974	2682

【0036】表1の試験結果は、三弗化窒素が、650℃の低温及び12トールの低圧においてさえ、コールドウォールCVDチャンバの清浄化に有効なエッチャントガスであることを示している。様々な温度及び圧力の条件のもとで要した清浄化時間は、0.25から1分の間の範囲であった。NF₃とN₂との様々な体積流量比における試験が実施された。775℃以上の温度及び1000トール以上の圧力を用いても、所望のエッチング速度が達成されるだろう。

【0037】#1から#4までの試験は、チャンバ温度が650℃、2種類の圧力20トール及び100トールにおいて、清浄化時間1分間で実施された。NF₃の流量が、NF₃の全体積百分率が20%に達するまで増加した場合、ほとんどのケースでは、エッチング速度も増加する。NF₃の流量を高くしてNF₃の全体積パーセントが20%以上にしても、同等に満足される結果が得られるのみである。

【0038】#5から#8までの試験は、チャンバ温度が700℃、2種類の圧力20トール及び100トールにおいて、清浄化時間1及び0.5分間で実施された。温度、時間及び流量比が同一の条件において、チャンバ圧力を20トールから100トールへ上げた結果（試験#5と試験#8）、3種の膜の全てでエッチング速度が急激に上昇した。流量比のみを単独で増加、即ちNF₃、15体積%（試験#7）からNF₃、20体積%（試験#8）へ増加した場合では、3種の膜の全てのエッチング速度について最低限の効果しか見られなかった。

【0039】試験#9は、725℃及び100トールにおいて、0.5分間実施された。膜上で得られたエッチング速度は、試験#7で得られた速度と同様であり、これは、25℃の温度上昇の効果が5%のNF₃の体積百分率の減少に相殺されたことを示している。

【0040】#10から#18までの試験は、チャンバ温度750℃、3種類のチャンバ圧力12、20及び100トール、並びに3種類の清浄化時間0.25、0.5及び1分において実施された。エッチング速度に対する温度、圧力、清浄化時間及び流量比の効果についての一般的な傾向が見られた。例えば、試験#10、#11及び#15によれば、チャンバ温度が750℃一定、清浄化時間が1分一定、そしてNF₃の体積百分率が0.005で一定の場合、エッチング速度は、チャンバ圧力が12トールから20トール、そして100トールまで上昇するにつれ、急激に増加する。ここで装置上の制約より、非常に低いエッチング速度の場合のデータの正確さが、エッチング速度が高い場合と同等ではない事に注意すべきである。チャンバ温度が750℃一定、チャンバ圧力が20トール一定、そして清浄化時間が1分一定の場合（試験#11、#12、#13、#14）で得られた試験データは、エッチング速度がNF₃の体積百分率に直接比例することを示している。同様なエッチング速度のNF₃、体積百分率依存性は、試験#16、#17及び#18においても見られる。

【0041】試験#19は、温度775℃、100トール、清浄化時間0.5分間及びNF₃、体積百分率0.1

(7)

特開平7-78808

11

の条件で実施された。試験#18で得られたデータと比較すれば、より高いチャンバ温度を用いているため、即ち775℃対750℃であるため、3種の膜のエッチング速度は改善される。

【0042】表1によれば、従来技術の方法で開示された結果と比較すれば、本発明の洗浄法により、非常に改善され相乗効果を伴った結果が達成される事が、明確に示されている。2つの予期しない独特の処理条件の組み合わせ、即ち水分の存在しないチャンバ環境及び従来技術より高いチャンバ温度により、非常に低いチャンバ 10 圧力において非常に改善されたエッチング速度が達成さ*

12

*れている。従って、本発明の改良された洗浄法は、安全衛生及び環境上の懸念を排除して、充分なエッチング速度でコールドウォールCVDチャンバ洗浄プロセスを効果的に実施せしめる。

【0043】表2には、洗浄ガス三弗化塩素(C1F₃)に対して、様々な、チャンバ温度、チャンバ圧力、洗浄時間及び体積百分率において得られたデータを表す。全ての試験において、チャンバ内の水分含有量は1PPM以下であった。

【0044】

【表2】

試験#	温度 (°C)	圧力 (Torr)	時間 (Min)	流量 (sccm) C1F ₃ /N ₂	体積% C1F ₃	エッチング速度 (Å/Min)	窒化物	酸化物	ポリ
20	550	20	1	50/750	7	195	—	—	—
21	600	20	1	50/750	7	455	—	—	—
22	600	20	3	50/750	7	420	—	—	—
23	600	20	.17	100/10,000	1	678	270	1836	—
24	600	20	.17	100/5,000	2	1038	444	—	—
25	600	20	.17	100/1,000	10	1500	394	—	—
26	600	20	.17	200/1,000	20	1950	1464	11,430	—
27	625	20	.17	100/10,000	1	1038	588	1866	—
28	625	20	.17	100/1,000	10	1482	978	4164	—
29	650	20	3	50/750	7	425	—	—	—
30	650	20	3	100/750	14	474	—	—	—
31	650	20	1	100/1,000	10	1929	—	—	—
32	650	20	.25	100/1,000	10	1960	1700	6908	—
33	650	20	.17	100/10,000	1	1536	900	4314	—
34	650	20	.17	100/5,000	2	—	1776	—	—
35	650	20	.17	100/1,000	10	3030	1974	—	—

【0045】C1F₃は、NF₃の場合よりも低いチャンバ温度及び低いチャンバ圧力において用いることができることが見出された。例えば、#20によれば、550℃という低い温度及び20トルという低い圧力においてさえ、体積百分率が7体積%のC1F₃で窒化物膜はエッチングされ得る事が示された。概して、C1F₃は窒化物よりもポリシリコン膜を高く選択する。今回の改良された洗浄方法は、550℃以上のチャンバ温度が更に好ましいのであるが、550℃以下のチャンバ温度においても作用する事に注目すべきである。使用に迫っているチャンバ圧力は、5から50トルの間の圧力である。

【0046】試験#21及び#22は、チャンバ温度600℃、チャンバ圧力20トル及びC1F₃、7体積%で得られたデータを示しており、洗浄時間が1分から3分に増加されても、窒化物膜のエッチング速度には何も影響を与えない事を示している。これは、おそらく極端に低い流速並びにその結果としてのC1F₃の体積百分率の低さに原因があると考えられる。

【0047】試験#23～#28には、チャンバ温度600℃一定、チャンバ圧力20トル一定、洗浄時間0.17分一定におけるデータを示し、C1F₃の体積

百分率が増加すれば、3種類の膜全てに対するエッチング速度が増加することを示す。試験#25を表1の試験1と比較すれば、C1F₃のエッチングの方が低いチャンバ温度及び短い洗浄時間で行われている場合においても、C1F₃のエッチング速度はNF₃のそれよりも著しく高い事が注目される。

試験#27及び#28は、もっと高いチャンバ温度625℃で行われた。試験#27を#23と比較すれば、チャンバ温度が25℃上昇すれば、3種類の膜全てに対するエッチング速度が増加すると考えられる。

【0048】試験#29～35は、チャンバ温度650℃一定及びチャンバ圧力20トル一定において実施された。試験#29、#30、#31及び#32において得られたデータを比較すれば、3種類の膜全てに対するエッチング速度に関し、C1F₃の体積百分率はエッチング時間よりもより顕著な効果を有する。同一の温度、同一の圧力及び同一の時間で実施された試験(#33～#35)では、3種類の膜全てに対するエッチング速度は、C1F₃の体積百分率に直接的に比例する。

【0049】エッチャントガスNF₃及びC1F₃をそれぞれ用いて得られた試験データは、図2に示される。少なくとも窒化珪素及びポリシリコン膜に関しては、C

(8)

特開平7-78808

13

1F, はNF, よりも、エッチャントガスとして効果的であると考えられる。ポリシリコン膜に対するC1F, のエッチング速度が著しく高い事も注目される。これは、C1F, にポリシリコン膜と窒化珪素膜の間の選択性を与える意味で、本発明により可能となった利点である。

【0050】C1F, の効果的なエッチング温度及び圧力、即ち800〜850℃及び20〜100トールは、ポリシリコンに対する通常の体積温度及び圧力に一致する事が図2に示されていることは、注目されるべきである。これは、インシチュウ洗浄が、なんらの変更の必要なく堆積に用いる場合と同じチャンバ温度及び同じチャンバ圧力で効果的に行う事ができるという、本発明により可能になったプロセス上の利点を与える。これは、インシチュウ洗浄においてチャンバ温度を堆積の温度から洗浄の温度へ変化させなければならないために通常必要となる非稼働時間を著しく節約する。

【0051】NF, に関して窒化珪素膜とポリシリコン膜の双方のエッチング速度は本質的に同じである事を、図2は示している。更に、窒化珪素膜に対して必要なエッチング温度及び圧力、即ち約700〜750℃及び約20〜100トールは、これらの膜の堆積処理の温度とはほぼ同じである。これは更に、窒化珪素膜の堆積処理及び洗浄処理の双方において、チャンバ温度は一定のままですぐよいという、本発明により可能となったプロセス上の利点を与える。

【0052】六弗化硫黄及び四弗化炭素のエッチャントガスに関する特定のデータは示されないが、これらのガスは、広い温度及び圧力の範囲において半導体材料の様々な膜に対する良好なエッチングに用いられた。NF, 及びC1F, と同様に、六弗化硫黄及び四弗化炭素もまた高温下で解離し、フリーな弗素を生成してエッチングを起す。SF, 及びCF, を用いて得られるエッチング速度は、同じ温度でNF, 若しくはC1F, を用いて得られるエッチング速度よりも低い事が見出された。

【0053】今回の改良されたCVDチャンバの洗浄方法は、半導体膜のある特定の堆積条件に対して、エッチャントガス化学作用及びパラメータをあつらえることを可能にする。これは、ある特定の半導体膜に対してエッ

14

チング温度及び圧力をあつらえ、洗浄のための非稼働時間を減じ若しくは排除するために、反応ガスを混合する使用法も含んでいる。

【0054】この新規なCVDチャンバ洗浄方法は、様々な半導体膜、即ち窒化珪素、ポリシリコン、酸化珪素及びエピタキシャルシリコンをコールドウォールCVDチャンバから洗浄する効果的且つ有利なプロセスであることを例証してきた。本発明で洗浄可能な他の半導体膜の例は、チタン、タングステン、チタン珪化物、タングステン珪化物等を含んでいる。

【0055】本発明は例示された方法に関して説明してきたが、使用された用語は、制限することを意図するのではなく、むしろ説明した言葉と同様のものを意図すると理解されよう。

【0056】更に、本発明は、これら様々な具体例に関して説明されてきたが、当業者はこれらの教示を直ちにこの発明の他の可能な変形例に応用するだろうと、認識される。例えば、三弗化硫素、三弗化塩素、六弗化硫黄及び四弗化炭素以外のエッチャントガスを使用することができ、これは本発明の好ましい結果を得るのに同等に効果的である。

【0057】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の洗浄方法は、充分なエッチング速度を保ちつつも、安全衛生及び環境を損なわないエッチング方法を提供する。従って、長い非稼働時間の必要がない効率良いCVDプロセスが提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】枚葉式コールドウォールCVDチャンバの断面図である。

【図2】三弗化硫素及び三弗化塩素に対するエッチング速度とエッチング温度との関係を表すグラフである。

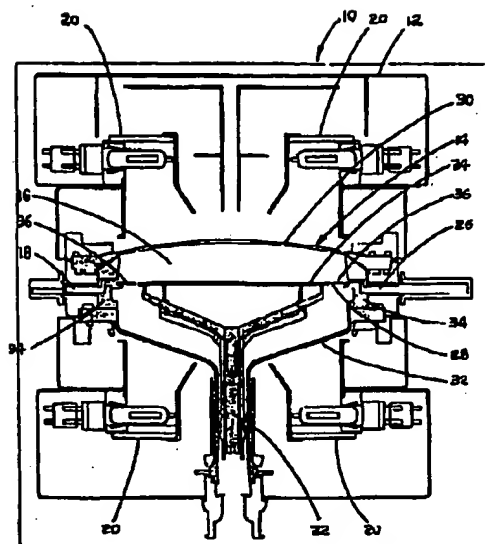
【符号の説明】

10…熱反応器、12…ハウジング、14…反応器ベッセル、16…反応器チャンバ、18…ガス流入マニホールド、20…放射加熱系、22…駆動組立立て体、24…サセプタ、26…ガス排気マニホールド、28…予熱リング、30…上面ドーム、32…底面ドーム、34…ライナ、36…上面。

(9)

特開平7-78808

【図1】

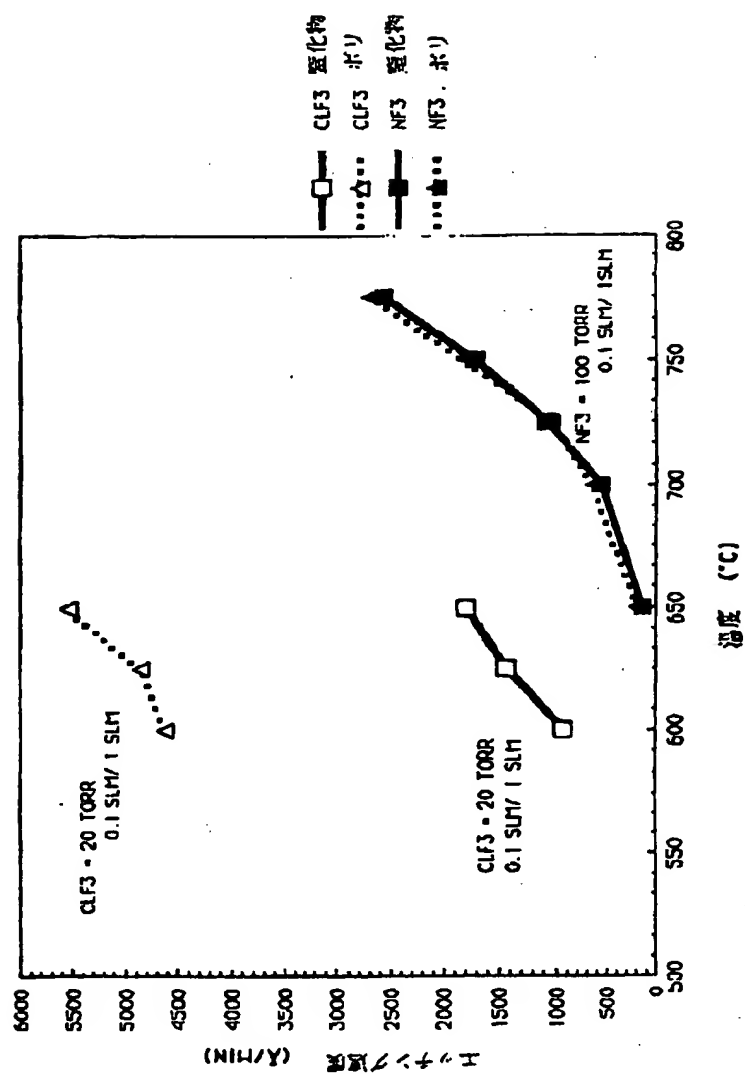


(10)

特開平7-78808

【図2】

比較エッチング速度データ



(11)

特開平7-78808

フロントページの続き

(72)発明者 エイチ. ビーター ダブリュー. ヘイ
アメリカ合衆国, カリフォルニア州
95118, サン ノゼ, マイルトル ア
ヴェニュー 1483

(72)発明者 ジェイムズ シー. ハン
アメリカ合衆国, カリフォルニア州
95051, サンタ クララ, ディクソン
ドライブ 2550